

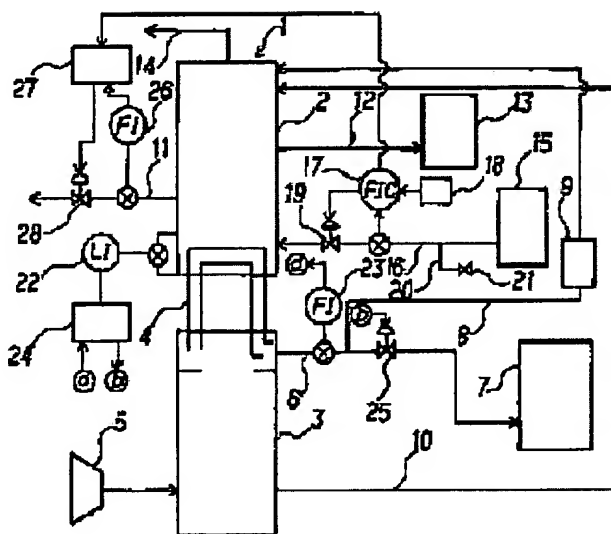
## METHOD FOR MANUFACTURING ARGON IN AIR SEPARATOR, AND AIR SEPARATOR USED THEREFOR

Patent number: JP8094245  
Publication date: 1996-04-12  
Inventor: SUGAWARA KATSUYUKI  
Applicant: KAWASAKI STEEL CORP  
Classification:  
- international: F25J3/04; F25J3/04  
- european:  
Application number: JP19940233682 19940928  
Priority number(s):

### Abstract of JP8094245

**PURPOSE:** To provide a method for manufacturing argon in an air separator and the air separator used therefor.

**CONSTITUTION:** An air separator subjects compressed and cooled stock air to low temperature separation with use of an upper rectifier 2, a lower rectifier 3, and a condenser 4 for heat exchange between the upper and lower rectifiers 2 and 3 to collect liquid oxygen and liquid nitrogen. When argon is simultaneously collected using the air separator, liquid oxygen is introduced into a lower part of the upper rectifier 2 and is gasified with the condenser 4 into oxygen gas. The oxygen gas is brought into contact with a reflux fluid in the upper rectifier 2 to rectify and separate argon to hereby stably increase the amount of collection of argon.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

**BEST AVAILABLE COPY**

(51) Int.Cl.<sup>9</sup>

F 2 5 J 3/04

識別記号

1 0 4

庁内整理番号

D

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平6-233682

(22) 出願日 平成6年(1994)9月28日

(71) 出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72) 発明者 菅原 勝幸

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社千葉製鉄所内

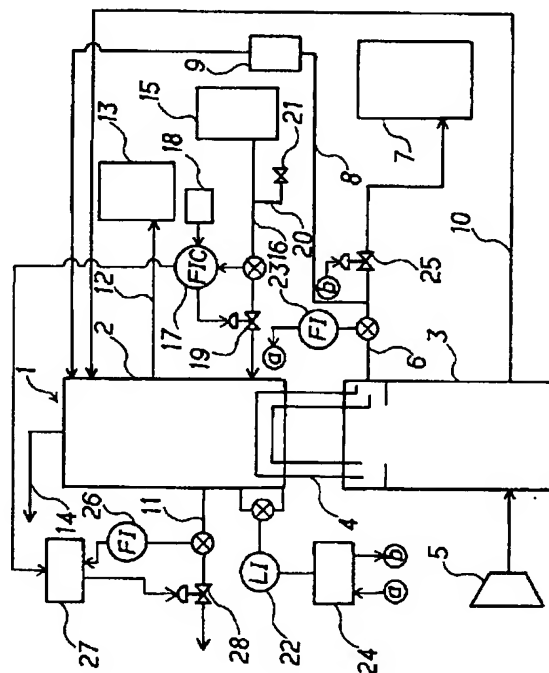
(74) 代理人 弁理士 小林 英一

(54) 【発明の名称】 空気分離装置におけるアルゴンの製造方法およびそれに用いる空気分離装置

(57) 【要約】

【目的】 空気分離装置におけるアルゴンの製造方法およびそれに用いる空気分離装置を提供する。

【構成】 圧縮・冷却した原料空気を上部精留塔2と下部精留塔3およびこれら上部精留塔2と下部精留塔3の熱交換を行う凝縮器4とによって深冷分離して液体酸素および液体窒素を採取する空気分離装置を用いてアルゴンを同時に採取するに際し、上部精留塔2の下部に液体酸素を注入して凝縮器4によりガス化して酸素ガスとし、この酸素ガスを上部精留塔2内の還流液と接触させてアルゴンを精留・分離することにより、安定的にアルゴンの採取量を増加させることを可能とする。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 圧縮・冷却した原料空気を上部精留塔と下部精留塔およびこれら上部精留塔と下部精留塔の熱交換を行う凝縮器とによって深冷分離して液体酸素および液体窒素を採取する空気分離装置を用いてアルゴンを同時に採取するに際し、前記上部精留塔の下部に液体酸素を注入して前記凝縮器によりガス化して酸素ガスとし、この酸素ガスを前記上部精留塔内の還流液と接触させてアルゴンを精留・分離することを特徴とする空気分離装置におけるアルゴンの製造方法。

【請求項2】 原料空気を圧縮する原料空気圧縮機と、圧縮された原料空気から選択的に二種以上の組成成分をその沸点の差を利用して分離精製する精留塔と、この精留塔に寒冷を供給する凝縮器とを備え、上記精留塔は原料空気が精留されてその上部に液体窒素が移行しかつ底部に富酸素の液体空気が貯溜される下部精留塔と、その底部に液体酸素が貯溜される上部精留塔とに二分され、上記下部精留塔上部の液体窒素を上記上部精留塔の上部に還流するための導管が設けられ、上記上部精留塔の中部からはアルゴン含有酸素ガスがアルゴン製造工程に導出されるように構成された空気分離装置において、前記上部精留塔の下部に液体酸素を外部から注入する液体酸素注入手段を設けたことを特徴とする空気分離装置。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、空気分離装置におけるアルゴンの製造方法およびそれに用いる空気分離装置に関する。

##### 【0002】

【従来の技術】従来、空気分離装置を用いて深冷分離法により原料空気から酸素（以下、 $O_2$ という）や窒素（以下、 $N_2$ という）、アルゴンを分離して、それぞれ製品として供給がなされている。その空気分離の一般的な方法と装置について図2を用いて説明する。

【0003】この図に示すように、深冷分離の中心である精留塔1は上部精留塔2と下部精留塔3と、これら両者の熱交換を行う凝縮器4とで構成され、原料空気圧縮機5で昇圧された原料空気は下部精留塔3の下部に吹き込まれ、その内部を上昇する間に還流液と接触して次第にその $N_2$ 濃度が高められ、下部精留塔3の頂部で高純度 $N_2$ になる。

【0004】この高純度 $N_2$ は凝縮器4に入って上部精留塔2の液体 $O_2$ （以下、 $LO_2$ という）と熱交換して凝縮することにより液体 $N_2$ （以下、 $LN_2$ という）となる。この $LN_2$ は、その一部が導管6を通して $LN_2$ タンク7に送り込まれて、製品 $LN_2$ となる。 $LN_2$ の残りの一部は導管8によって過冷却装置9を介して上部精留塔2の上部に還流液として供給される。

【0005】一方、下部精留塔3内の原料空気は $O_2$ が40%程度含まれる液体空気として下部精留塔3の底部に

貯溜され、その底部から取り出されて、導管10を通して上部精留塔2の上部に供給される。この液体空気は上部精留塔2の上部から下方に流れる間に $O_2$ が濃縮されて、上部精留塔2の底部には高純度の $LO_2$ が溜まる。そして、この $LO_2$ の一部から精留・分離された $O_2$ ガスは導管11を通して製品 $O_2$ として取り出され、残りの $LO_2$ は凝縮器4で $N_2$ と熱交換することにより蒸発してガス状の $O_2$ となり、これが上部精留塔2での上昇ガスとなって蒸留操作が行われる。

【0006】また、この深冷分離の過程で上部精留塔2の中部および底部にはそれぞれアルゴンが約12%にまで濃縮されたアルゴン含有ガスおよび高純度 $LO_2$ が分離され、かつ貯溜された状態になっており、その上部精留塔2の中部に溜まったアルゴン含有不純酸素ガスは導管12を通してアルゴン製造設備13に導入されて精留され、純度95ないし98%の富アルゴンが分離される。なお、上部精留塔2の頂部からは導管14を通して高純度 $N_2$ が取り出され、図示しない熱交換器での熱交換などに利用される。

##### 【0007】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記した従来の空気分離装置でアルゴンを製造する能力は、その原料空気の導入量および空気分離効率などにより一義的に決まるから、その能力以上のアルゴンを製造しようとする場合は原料空気の導入量を増大する必要がある。しかし、原料空気の導入量を増やそうとすると、原料空気圧縮機5の消費電力量が大きくなってしまい、アルゴンの製造コストが高くなるという問題がある。

【0008】また、原料空気の導入量を増大すると空気分離装置内全体のマスバランスが変化するので、装置内の種々のバランスを調整しなければならず、そのためオペレータの負荷が増加するという操業上の難点があった。なお、たとえば特開平6-3048号公報には、原料空気を圧縮する原料空気圧縮機と、圧縮された原料空気を冷却する主熱交換器と、冷却された原料空気から選択的に二種以上の組成成分をその沸点の差を利用して分離精製する精留塔と、この精留塔に寒冷を供給する寒冷発生手段とを備え、上記精留塔は原料空気が精留されてその上部に液体窒素が移行しかつ底部に富酸素の液体空気が貯溜される下塔と、その底部に液体酸素が貯溜される上塔とに二分され、上記下塔上部の液体窒素を上記上塔の上部に還流するための窒素還流導管が設けられ、上記上塔の中部からはアルゴン含有酸素ガスがアルゴン製造工程に導出されるように構成された空気分離装置において、上記窒素還流導管にはその開度によって窒素の還流量を調節する制御弁が設けられ、上記下塔にはその底部に設けられた温度指示制御計が設けられ、上記液体空気の温度が予め設定された設定温度よりも低いときには温度指示制御計から上記制御弁にその開度を小さくする制御信号を発信させることによって上記下塔底部に貯溜し

ている液体空気の温度が一定になるように制御することを特徴とする空気分離装置の制御方法が開示されている。

【0009】しかし、この特開平6-3048号においても、アルゴン量を安定して採取する上で精留条件およびマスバランスの均衡を保つことは可能ではあるが、その量を増加するにはやはり原料空気量を増大する必要があるし、その結果空気分離装置内全体のマスバランスが変化し、オペレーションの負荷増大あるいは電力消費量の増大につながるなどの問題が潜在している。

【0010】本発明は、上記のような従来技術の有する課題を解決すべくなされたものであって、消費電力を増やすことなく、効率よくかつ簡易な操作方法により、また装置を複雑化したり高価なものにすることなしに、アルゴンを製造することの可能な方法と装置を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は、圧縮・冷却した原料空気を上部精留塔と下部精留塔およびこれら上部精留塔と下部精留塔の熱交換を行う凝縮器とによって深冷分離して液体酸素および液体窒素を採取する空気分離装置を用いてアルゴンを同時に採取するに際し、前記上部精留塔の下部に液体酸素を注入して前記凝縮器によりガス化して酸素ガスとし、この酸素ガスを前記上部精留塔内の還流液と接触させてアルゴンを精留・分離することを特徴とする空気分離装置におけるアルゴンの製造方法である。

【0012】また、本発明は原料空気を圧縮する原料空気圧縮機と、圧縮された原料空気から選択的に二種以上の組成成分をその沸点の差を利用して分離精製する精留塔と、この精留塔に寒冷を供給する凝縮器とを備え、上記精留塔は原料空気が精留されてその上部に液体窒素が移行しかつ底部に富酸素の液体空気が貯溜される下部精留塔と、その底部に液体酸素が貯溜される上部精留塔とに二分され、上記下部精留塔上部の液体窒素を上記上部精留塔の上部に還流するための導管が設けられ、上記上部精留塔の中部からはアルゴン含有酸素ガスがアルゴン製造工程に導出されるように構成された空気分離装置において、前記上部精留塔の下部に液体酸素を外部から注入する液体酸素注入手段を設けたことを特徴とする空気分離装置である。

【0013】

【作 用】本発明方法によれば、空気分離装置を構成する上部精留塔の下部に直接 $\text{LO}_2$ を注入して凝縮器によりガス化し、さらに上部精留塔内の還流液と接触させることにより $\text{LO}_2$ 中に含まれるアルゴンを精留・分離するようにしたから、原料空気の導入量を増大することなしに、したがって消費電力量の増大を招くことなく、また空気分離装置内のマスバランスを変化させることなく、安定的にアルゴンの採取量を増加させることが可能

である。

【0014】また本発明装置によれば、従来のアルゴン製造用空気分離装置の上部精留塔の下部に液体酸素を外部から注入する液体酸素注入手段を設けるのみで、装置を複雑化したり高価なものにすることなしに、アルゴンの採取量の増加を容易に図ることが可能である。

【0015】

【実施例】以下に、本発明の実施例について図面を参照して詳しく説明する。図1は本発明の実施例を示す概要図であり、従来例と同一の部材には同一符号を付して説明を省略する。この図1に示すように、 $\text{LO}_2$ 貯蔵タンク15は導管16を介して上部精留塔2の下部に接続され、 $\text{LO}_2$ 貯蔵タンク15内の $\text{LO}_2$ が上部精留塔2の下部に注入される。この $\text{LO}_2$ の流量は注入 $\text{LO}_2$ 流量調節弁17で測定され、注入 $\text{LO}_2$ 量設定器18により与えられた設定値と比較されて注入 $\text{LO}_2$ 流量調節弁19で制御される。この注入 $\text{LO}_2$ の仕様としては通常製造されているもので、たとえば $\text{O}_2$ 濃度99.5%、アルゴン濃度0.5%のものである。なお、導管16の分岐管20に取付けられた止弁21は、図示しないタンクローリで運ばれた $\text{LO}_2$ を供給する際に、タンクローリのホースが接続されるもので、 $\text{LO}_2$ 貯蔵タンク15のバックアップ用とされる。

【0016】また、上部精留塔2の底部での $\text{LO}_2$ の液面は液面計22で測定され、一方下部精留塔3の頂部から取り出されて $\text{LN}_2$ タンク7に送り込まれる $\text{LN}_2$ は導管6に取付けられた $\text{LN}_2$ 流量計23で測定され、 $\text{LN}_2$ 供給量演算制御装置24を介して $\text{LN}_2$ 流量調節弁25でその抜き出し量が制御される。さらに、上部精留塔2から抜き出される製品 $\text{O}_2$ の流量は導管11に取付けられた製品 $\text{O}_2$ 流量計26で測定され、この測定信号と注入 $\text{LO}_2$ 量信号とが製品 $\text{O}_2$ 抜き出し量演算制御装置27において演算され、その結果に基づいて製品 $\text{O}_2$ 流量調節弁28でその抜き出し量が制御される。

【0017】つぎに、 $\text{LO}_2$ を上部精留塔2の下部に注入してからアルゴン含有不純酸素ガスとしてアルゴン製造設備13に導入するまでの一連の制御手順を以下に説明する。

①  $\text{LO}_2$ 貯蔵タンク15内から導管16を介して上部精留塔2の下部に注入される $\text{LO}_2$ の流量は、まず、注入 $\text{LO}_2$ 量設定器18に増量するアルゴン量に基づく注入 $\text{LO}_2$ 量を設定することにより、注入 $\text{LO}_2$ 流量調節弁17と注入 $\text{LO}_2$ 流量調節弁19によって制御される。

② この注入 $\text{LO}_2$ 量によって上部精留塔2の下部における $\text{LO}_2$ の液面が上昇すると、その上昇分は液面計22で測定される。そして、 $\text{LN}_2$ 供給量演算制御装置24によって下部精留塔3から抜熱しようとする $\text{LN}_2$ 量が決定され、 $\text{LN}_2$ 流量調節弁25により自動的に $\text{LN}_2$ 抜き出し量が制御される。これによって、注入 $\text{LO}_2$ は凝縮器4を介して下部精留塔3から供給される熱によってガス化され、その上部精留塔2の上部から供給される還流

液と接触することで精留・分離が行われる。

③ 一方、製品 $O_2$  抜き出し量演算制御装置27において注入 $LO_2$  流量調節弁17から伝送された注入 $LO_2$  流量信号に基づいて $O_2$  ガスの増加量が演算され、製品 $O_2$  流量調節弁28により $O_2$  ガス抜き出し量が自動的に制御される。これによって、 $O_2$  ガスは製品 $O_2$  として空気分離装置から導管11を通して抜き出される。

④ 上部精留塔2の中部に溜まった $O_2$  ガスが約95%、アルゴンが約5%とされるアルゴン含有不純酸素ガスは導管12を通してアルゴン製造設備13に導入され、アルゴンのみを濃縮した後製品アルゴンとして抜き出される。

【0018】このようにして、注入 $LO_2$  量に応じて $LN_2$  抜き出し量および $O_2$  ガス抜き出し量が自動的に制御されることにより、空気分離装置はアルゴンを増産しながら安定した運転を継続することができる。一例として、最大能力が原料空気量で128,000Nm<sup>3</sup>/hの空気分離装置を用いて、128,000Nm<sup>3</sup>/hの原料空気量を導入して $O_2$ 、 $N_2$ 、アルゴンの製品をそれぞれ採取する場合、従来法では $O_2$  26,000Nm<sup>3</sup>/h、アルゴン1,050Nm<sup>3</sup>/hの回収量であったが、本発明法を適用して $LO_2$  を5,000Nm<sup>3</sup>/h注入したところ、 $O_2$  31,000Nm<sup>3</sup>/h、アルゴン1,075Nm<sup>3</sup>/hの製品をそれぞれ回収することができた。これによって、本発明法は従来法に比べてアルゴン25Nm<sup>3</sup>/h（約1ton/日）の増産効果があることがわかる。なお、このとき使用した電力消費量はゼロであり、従来法での場合と差がなかった。

【0019】なお、上記実施例は、液体酸素供給手段として $LO_2$  貯蔵タンク15を用いるとして説明したが、その代わりに $LO_2$  タンクローリを用いてもよく、あるいは $LO_2$  貯蔵タンクと $LO_2$  タンクローリの併用や両者の交互使用を行うようにしてもよい。なお、上記の $LO_2$  タンクローリを用いる場合には $LO_2$  送給用のポンプの駆動電力がわずかに増えることを除いて、その効果は $LO_2$  貯蔵タンクを用いる場合とほとんど差がない。

【0020】

【発明の効果】以上説明したように、本発明方法によれば、上部精留塔の下部に $LO_2$  を注入することにより、アルゴンを増産することができるから、空気分離装置に導入する空気量増加の従来法に比較して消費電力の増加もなく、かつ安定的に空気分離装置を運転できるという効果がある。

【0021】また、本発明装置によれば、装置の複雑化や高価な装置を必要とすることなく、簡易にアルゴンを増産することが可能である。

【図面の簡単な説明】

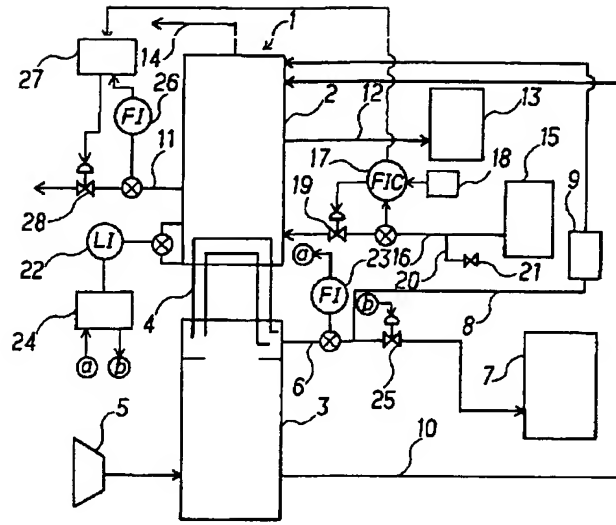
【図1】本発明の実施例を示す概要図である。

【図2】従来例の概要図である。

【符号の説明】

- 1 精留塔
- 2 上部精留塔
- 3 下部精留塔
- 4 凝縮器
- 5 原料空気圧縮機
- 6, 8, 10, 11, 12, 14 導管
- 7  $LN_2$  タンク
- 9 過冷却装置
- 13 アルゴン製造設備
- 15  $LO_2$  貯蔵タンク（液体酸素注入手段）
- 16 導管（液体酸素注入手段）
- 17 注入 $LO_2$  流量調節弁（液体酸素注入手段）
- 18 注入 $LO_2$  量設定器（液体酸素注入手段）
- 19 注入 $LO_2$  流量調節弁（液体酸素注入手段）
- 22 液面計
- 23  $LN_2$  流量計
- 24  $LN_2$  供給量演算制御装置
- 25  $LN_2$  流量調節弁
- 26 製品 $O_2$  流量計
- 27 製品 $O_2$  抜き出し量演算制御装置
- 28 製品 $O_2$  流量調節弁

【図1】



【図2】

